

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION
EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété
Intellectuelle
Bureau international



(43) Date de la publication internationale
20 février 2003 (20.02.2003)

PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 03/013707 A1

(51) Classification internationale des brevets⁷ :
B01D 65/10, G01M 3/24, G01N 15/08

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR02/02323

(22) Date de dépôt international : 3 juillet 2002 (03.07.2002)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
01/10513 6 août 2001 (06.08.2001) FR

(81) États désignés (*national*) : AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) États désignés (*régional*) : brevet ARIPO (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), brevet eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, SK, TR), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

(71) Déposant (*pour tous les États désignés sauf US*) : ONDEO
DEGREMONT [FR/FR]; 183, avenue du 18 juin 1940,
F-92508 Rueil Malmaison (FR).

Publiée :

— avec rapport de recherche internationale

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (*pour US seulement*) : SAVALL,
Vincent [FR/FR]; 20, rue du Général Exelmans, F-78140
Velizy-Villacoublay (FR). ROUX, Jean-Pierre [FR/FR];
24, avenue Lacour, F-95210 Saint Gratien (FR).

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.

(74) Mandataires : ARMENGAUD, Alain etc.; Cabinet Armengaud Aine, 3, avenue Bugeaud, F-75116 Paris (FR).

(54) Title: METHOD AND DEVICE FOR CONTROLLING THE INTEGRITY OF MEMBRANE FILTRATION UNITS

(54) Titre : PROCEDE ET DISPOSITIF DE CONTRÔLE DE L'INTEGRITE DES MODULES DE FILTRATION MEMBRANAIRE

(57) Abstract: The invention relates to a method of controlling the integrity of hollow fibre filtration units and of detecting leaks through a wholly or partially ruptured fibre. The inventive method is characterised in that it consists in: - emitting a noise or audible signal using an emitter located on one side of the membranes of the filtration units; - detecting the noise or audible signal emerging from a ruptured fibre on the other side of the membranes, regardless of whether or not a fluid is passing through said fibre; - amplifying the signal-noise thus obtained; - and comparing the resulting amplified signal to a threshold noise level in the same frequency range.

(57) Abrégé : Procédé de contrôle de l'intégrité des modules de filtration à fibres creuses et de détection de fuites au travers d'une fibre totalement ou partiellement cassée, caractérisé en ce qu'il consiste à: - émettre un bruit ou signal sonore au moyen d'un émetteur situé d'un côté des membranes des modules de filtration; - détecter, de l'autre côté des membranes, le bruit ou signal sonore émergent d'une fibre rompue, que ladite fibre soit ou non soumise à une circulation de fluide; - amplifier le signal-bruit ainsi obtenu et - comparer le signal amplifié résultant à un niveau du bruit-seuil, dans la même gamme de fréquences.

WO 03/013707 A1

Procédé et dispositif de contrôle de l'intégrité
des modules de filtration membranaire

5

La présente invention concerne un procédé et un dispositif destinés à contrôler l'intégrité de modules de microfiltration ou d'ultrafiltration qui sont utilisés dans les processus de séparation et de concentration de solutions et notamment dans le domaine du traitement des
10 eaux.

On sait que de tels modules mettent en œuvre une pluralité de fibres creuses regroupées en faisceaux et le
15 problème que se propose de résoudre la présente invention est celui de la détection d'une rupture de fibres qui se traduit par un passage du fluide directement du côté sale de la membrane (concentrat) au côté propre (perméat), au travers de la ou des fibres complètement ou partiellement
20 cassées.

FR-A-2 775 440 et WO 99/44728 apportent une solution à ce problème grâce à un procédé qui repose sur la détection du bruit émis par la turbulence du fluide passant dans une
25 fibre cassée. Selon cet état antérieur de la technique, ce procédé consiste à

- détecter le bruit occasionné par le passage du fluide au travers d'une fibre rompue ;
- amplifier le signal-bruit ainsi obtenu et
- 30 - comparer le signal amplifié ainsi obtenu à un niveau de bruit seuil, dans la même gamme de fréquence, caractéristique des modules intègres, cette comparaison permettant de détecter si le module est ou non intègre.

Cet état antérieur de la technique fait également connaître un dispositif pour la mise en œuvre de ce procédé qui comprend :

- un hydrophone monté sur la purge basse de chaque module ;
- 5 - un amplificateur des signaux délivrés par cet hydrophone et
- un comparateur-analyseur assurant la comparaison du signal-bruit capté, amplifié et d'un niveau de bruit seuil caractéristique d'un module intègre, l'analyse de la
- 10 comparaison permettant de détecter la présence éventuelle d'une fuite sur le module.

Cette technique connue donne généralement satisfaction. Cependant, il s'avère qu'industriellement le

15 niveau émergent du bruit provoqué par la rupture d'une fibre peut se révéler trop faible : il reste alors mélangé aux bruits parasites, que ces derniers soient d'origine hydraulique, mécanique ou autre, de l'unité industrielle où sont mis en œuvre les modules à fibres creuses. Ce bruit,

20 devant indiquer la présence d'une fuite éventuelle n'est alors pas clairement détecté.

Afin de résoudre le problème mentionné ci-dessus, l'invention apporte un procédé de contrôle de l'intégrité

25 des modules de filtration à fibres creuses et de détection de fuites au travers d'une fibre totalement ou partiellement cassée, caractérisé en ce qu'il consiste à :

- émettre un bruit ou signal sonore au moyen d'un émetteur situé d'un côté des membranes des modules de filtration ;
- 30 - détecter, de l'autre côté des membranes, le bruit ou signal sonore émergent d'une fibre rompue, que ladite fibre soit ou non soumise à une circulation de fluide ;
- amplifier le signal-bruit ainsi obtenu et
- comparer le signal amplifié résultant à un niveau du
- 35 bruit-seuil, dans la même gamme de fréquences.

On comprend que cette comparaison permet de détecter si le module est ou non intègre.

Selon l'invention, ledit bruit ou signal sonore est
5 émis, soit dans une bande de fréquences différente des bruits parasites, soit d'un niveau de pression acoustique supérieur.

Les modules intègres se révèlent être un excellent
10 écran acoustique et le signal détecté en aval de tels modules est faible, par contre, en cas de rupture totale ou partielle d'une fibre, le signal détecté en aval est beaucoup plus important.

15 L'invention vise également un dispositif pour la mise en œuvre du procédé tel que défini ci-dessus. Ce dispositif est réalisé conformément à celui divulgué dans l'état antérieur de la technique mentionné ci-dessus, mais il comporte en outre au moins un émetteur sonore pour un
20 ensemble de modules, qui émet un signal spécifique, soit dans une bande de fréquence différente des bruits parasites, soit d'un niveau de puissance supérieur, ce ou ces émetteurs sonores étant positionnés du côté des modules opposé aux hydrophones.

25

D'autres caractéristiques et avantages de la présente invention ressortiront de la description faite ci-après, en référence aux dessins annexés qui en illustrent un exemple de réalisation dépourvu de tout caractère limitatif. Sur
30 les figures :

- la figure 1 est une représentation schématique d'un mode de réalisation du dispositif objet de l'invention et
- la figure 2 représente les courbes qui illustrent la signature acoustique, d'une part d'un module intègre, et
35 d'autre part d'un module comportant une fibre cassée.

La figure 1 illustre le dispositif dans un exemple de réalisation non limitatif dans lequel les modules sont en carter filtrant de l'intérieur vers l'extérieur des fibres.

5 Sur cette figure 1, la référence 10 désigne les modules de filtration du type comportant une pluralité de fibres creuses regroupées en faisceaux. Conformément à l'état antérieur de la technique, sur la purge basse 12 de chaque module 10, on a implanté un hydrophone 14 permettant
10 d'écouter directement, en contact avec l'eau propre (perméat) le bruit de passage du fluide.

Selon l'invention, un émetteur sonore 16 est placé sur le collecteur 18 d'entrée du liquide à filtrer (flèche L)
15 lorsque le mode de fonctionnement est frontal, la flèche F désignant le liquide filtré.

Dans le cas d'un mode de fonctionnement tangentiel, l'émetteur sonore 16 est placé sur la sortie de la boucle de recirculation. Sur la figure 1, la flèche S désigne
20 cette sortie de la boucle de recirculation, l'entrée de cette boucle en mode tangentiel étant désignée par la flèche E.

25 On remarque que les hydrophones 14 équipant chaque module 10 sont placés du côté opposé à l'émetteur 16 par rapport à la membrane.

L'amortissement du signal sonore émis par l'émetteur
30 16, par les membranes intègres étant très supérieur à celui d'un module comportant au moins une fibre cassée, le niveau sonore détecté par un hydrophone tel que 14, après traitement (amplification et analyse) permet de déclencher une alarme en cas de non-intégrité du module concerné.

35

A cet effet, le dispositif peut comporter en outre un automate programmable recevant le signal émis en gérant le fonctionnement du système de modules de filtration, en vue de retransmettre le signal, soit à un système centralisé de l'usine, soit à distance à un opérateur.

On notera que l'invention peut être appliquée à tous types de membranes de filtration à fibres creuses (intérieure-extérieure ou extérieure-intérieure) et éventuellement aux membranes planes. Dans le cas de l'utilisation avec d'autres types de membranes, la disposition des émetteurs et des hydrophones peut être différente de celle décrite ci-dessus, cependant il est essentiel que les hydrophones ne soient pas situés du même côté de la membrane que le (ou les) émetteurs.

Selon l'invention, la détection peut se faire en mode filtration ou en mode rétrolavage, soit en mode « arrêt de l'installation ».

Des essais sur plate-forme spécialement adaptée ont montré des écarts significatifs entre le niveau de bruit émis et le bruit détecté par les hydrophones. Sur la figure 2, la courbe A illustre le niveau sonore obtenu sur un module comportant une fibre cassée et la courbe B le niveau sonore obtenu sur un module intègre. On voit que l'amortissement du signal sonore émis par l'émetteur sonore, par une membrane intègre, est très supérieur à celui d'un module comportant au moins une fibre cassée.

Les avantages et progrès techniques apportés par l'invention sont notamment les suivants :

- possibilité de réaliser la détection quel que soit le débit de filtration ou même en période d'arrêt ;
- possibilité d'effectuer la détection en mode quasi-continu, par écoute successive de tous les modules d'un

ensemble, chacun d'eux étant muni d'un hydrophone, cette détection ne nécessitant pas l'arrêt de la production ;

- le signal émis étant transmis à un automate programmable gérant le fonctionnement du système de filtration
- 5 membranaire, il peut donc être retransmis à un système centralisé de l'usine ou à distance à un opérateur chargé de décider les éventuelles actions correctives à mettre en œuvre.

- 10 Il demeure bien entendu que la présente invention n'est pas limitée aux exemples de réalisation décrits et représentés ci-dessus, mais qu'elle en englobe toutes les variantes.

REVENDEICATIONS

1 - Procédé de contrôle de l'intégrité des modules de filtration à fibres creuses et de détection de fuites au travers d'une fibre totalement ou partiellement cassée, caractérisé en ce qu'il consiste à :

- émettre un bruit ou signal sonore au moyen d'un émetteur situé d'un côté des membranes des modules de filtration ;
- détecter, de l'autre côté des membranes, le bruit ou signal sonore émergent d'une fibre rompue, que ladite fibre soit ou non soumise à une circulation de fluide ;
- amplifier le signal-bruit ainsi obtenu et
- comparer le signal amplifié résultant à un niveau du bruit-seuil, dans la même gamme de fréquences.

15

2 - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que ledit bruit ou signal sonore est émis, soit dans une bande de fréquences différente des bruits parasites, soit d'un niveau de pression acoustique supérieur.

20

3 - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la détection s'effectue en mode filtration.

4 - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la détection s'effectue en mode rétrolavage

25

5 - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la détection s'effectue en mode « arrêt de l'installation ».

30

6 - Dispositif pour contrôler l'intégrité des modules de filtration, à fibres creuses (10) mettant en œuvre le procédé selon la revendication 1 et qui comprend :

- un hydrophone (14) monté la purge basse (12) de chaque module (10) pour détecter le bruit occasionné par le passage du fluide au travers d'une fibre rompue ;

35

- un amplificateur des signaux émis par lesdits hydrophones et
 - un comparateur-analyseur assurant la comparaison du signal-bruit capté, amplifié et d'un niveau de bruit seuil,
- 5 caractéristique d'un module intègre, l'analyse de la comparaison permettant de détecter la présence éventuelle d'une fuite sur ledit module, caractérisé en ce qu'il comporte en outre au moins un émetteur sonore (16), pour un ensemble de modules, qui émet un signal spécifique, soit
- 10 dans une bande de fréquence différente des bruits parasites, soit d'un niveau de puissance supérieur, ledit émetteur sonore étant positionné du côté des membranes opposé aux hydrophones.
- 15 7 - Dispositif selon la revendication 6, caractérisé en ce que le ou les émetteurs sonores (16) sont placés sur le collecteur d'entrée d'eau à filtrer, en mode de fonctionnement frontal.
- 20 8 - Dispositif selon la revendication 6, caractérisé en ce que le ou les émetteurs sonores (16) sont placés sur la sortie de la boucle de recirculation, en mode de fonctionnement tangentiel.
- 25 9 - Dispositif selon l'une des revendications 6 à 8, caractérisé en ce qu'il comporte en outre un automate programmable recevant le signal émis et gérant le fonctionnement du système de modules de filtration, en vue de retransmettre le signal, soit à un système centralisé de
- 30 l'usine, soit à distance, à un opérateur.

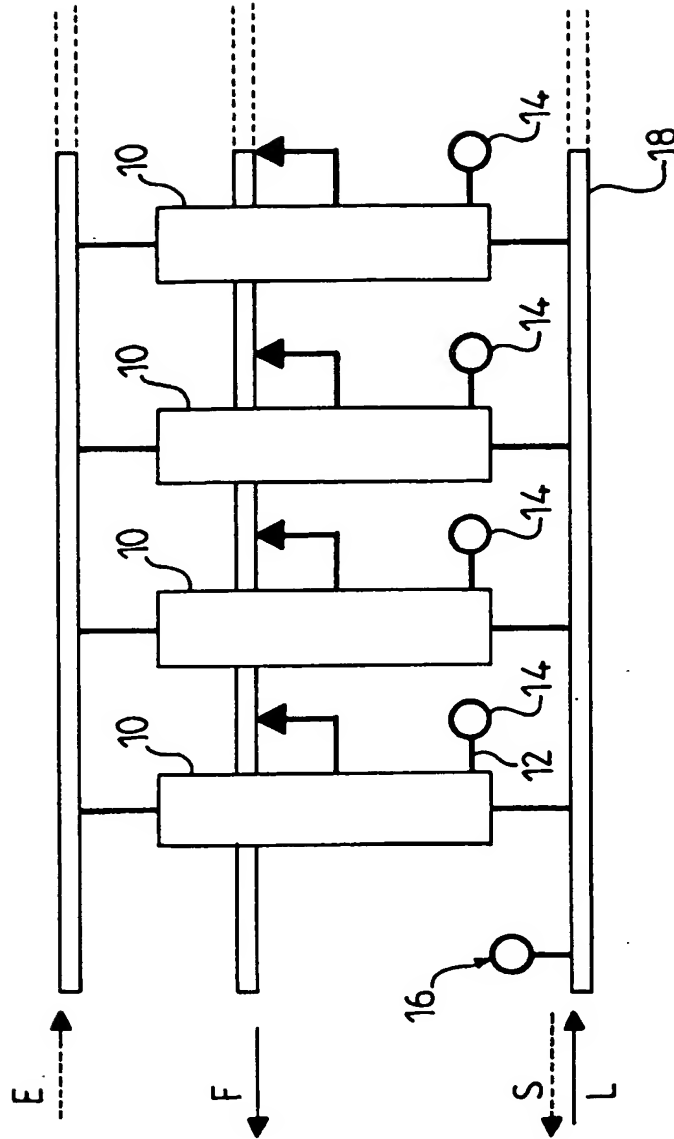
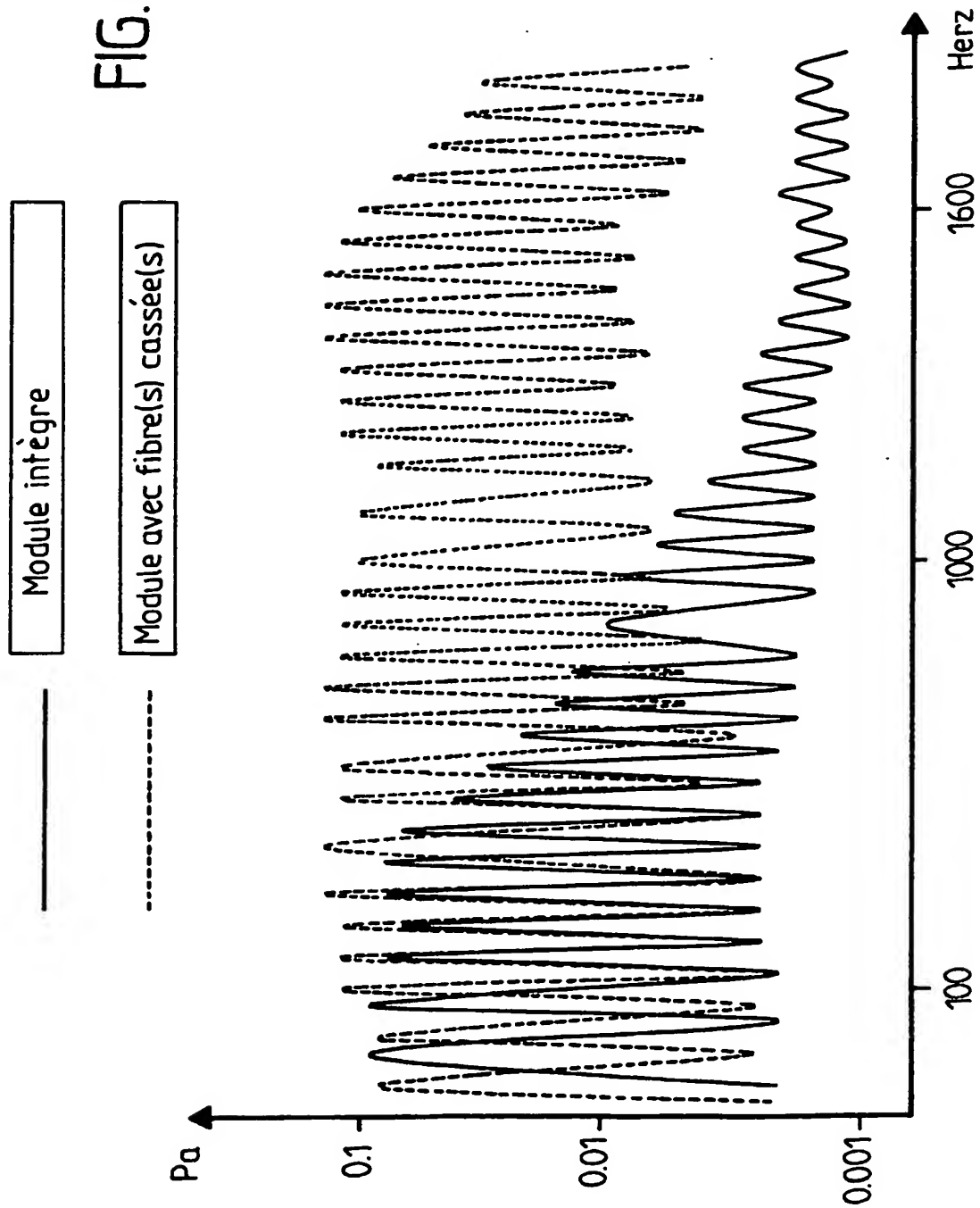


FIG.1

2/2

FIG. 2



A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 B01D65/10 01M3/24 G01N15/08

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC 7 B01D G01M G01N

Documentation searched other than minimum documentallon to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

WPI Data, PAJ, EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	FR 2 775 440 A (SUEZ-LYONNAISE DES EAUX) 3 September 1999 (1999-09-03) cited in the application claims ---	1-9
A	US 5 918 264 A (H.J.J.DRUMMOND ET AL) 29 June 1999 (1999-06-29) claims ---	1-5
A	EP 0 640 822 A (MILLIPORE INVESTMENT HOLDINGS LIMITED) 1 March 1995 (1995-03-01) claim 1 ---	1-5
A	WO 94 11721 A (PALL CORPORATION) 26 May 1994 (1994-05-26) claims ---	1-9

	-/--	

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

° Special categories of cited documents :

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- *G* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

21 October 2002

Date of mailing of the international search report

29/10/2002

Name and mailing address of the ISA
European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Cordero Alvarez, M

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 99 16538 A (PALL CORPORATION) 8 April 1999 (1999-04-08) claims	1-5
A	US 4 744 240 A (G.REICHELT) 17 May 1988 (1988-05-17) claims	1

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
FR 2775440	A	03-09-1999	FR 2775440 A1	03-09-1999
			AU 737828 B2	30-08-2001
			AU 2525999 A	20-09-1999
			CA 2321885 A1	10-09-1999
			CN 1291911 T	18-04-2001
			DE 1060006 T1	23-05-2001
			EP 1060006 A1	20-12-2000
			ES 2152203 T1	01-02-2001
			WO 9944728 A1	10-09-1999
			JP 2002505438 T	19-02-2002
			US 6370943 B1	16-04-2002
US 5918264	A	29-06-1999	AT 196102 T	15-09-2000
			AU 663022 B2	21-09-1995
			AU 5366094 A	24-05-1994
			WO 9409890 A1	11-05-1994
			CN 1088846 A ,B	06-07-1994
			CN 1155446 A ,B	30-07-1997
			DE 69329388 D1	12-10-2000
			DE 69329388 T2	04-01-2001
			EP 0666774 A1	16-08-1995
			ES 2149218 T3	01-11-2000
			JP 8502445 T	19-03-1996
EP 640822	A	01-03-1995	DE 69409736 D1	28-05-1998
			DE 69409736 T2	01-10-1998
			EP 0640822 A2	01-03-1995
			JP 7244023 A	19-09-1995
			US 5581017 A	03-12-1996
WO 9411721	A	26-05-1994	CA 2148807 A1	26-05-1994
			EP 0667954 A1	23-08-1995
			JP 8503545 T	16-04-1996
			WO 9411721 A1	26-05-1994
			US 5576480 A	19-11-1996
WO 9916538	A	08-04-1999	CA 2303903 A1	08-04-1999
			EP 1021240 A1	26-07-2000
			JP 2001518380 T	16-10-2001
			WO 9916538 A1	08-04-1999
US 4744240	A	17-05-1988	DE 3617724 A1	03-12-1987
			DE 3780221 D1	13-08-1992
			EP 0248218 A2	09-12-1987
			JP 62291543 A	18-12-1987

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
CIB 7 B01D65/10 1M3/24 G01N15/08

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 7 B01D G01M G01N

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

WPI Data, PAJ, EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	FR 2 775 440 A (SUEZ-LYONNAISE DES EAUX) 3 septembre 1999 (1999-09-03) cité dans la demande revendications	1-9
A	US 5 918 264 A (H.J.J.DRUMMOND ET AL) 29 juin 1999 (1999-06-29) revendications	1-5
A	EP 0 640 822 A (MILLIPORE INVESTMENT HOLDINGS LIMITED) 1 mars 1995 (1995-03-01) revendication 1	1-5
A	WO 94 11721 A (PALL CORPORATION) 26 mai 1994 (1994-05-26) revendications	1-9
	--- -/-- ---	

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

- *A* document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- *E* document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- *L* document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- *O* document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- *P* document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

T document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

X document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

Y document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

G document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

21 octobre 2002

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

29/10/2002

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Cordero Alvarez, M

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	WO 99 16538 A (PALL CORPORATION) 8 avril 1999 (1999-04-08) revendications ---	1-5
A	US 4 744 240 A (G.REICHELT) 17 mai 1988 (1988-05-17) revendications -----	1

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
FR 2775440	A	03-09-1999	FR 2775440 A1	03-09-1999
			AU 737828 B2	30-08-2001
			AU 2525999 A	20-09-1999
			CA 2321885 A1	10-09-1999
			CN 1291911 T	18-04-2001
			DE 1060006 T1	23-05-2001
			EP 1060006 A1	20-12-2000
			ES 2152203 T1	01-02-2001
			WO 9944728 A1	10-09-1999
			JP 2002505438 T	19-02-2002
			US 6370943 B1	16-04-2002
US 5918264	A	29-06-1999	AT 196102 T	15-09-2000
			AU 663022 B2	21-09-1995
			AU 5366094 A	24-05-1994
			WO 9409890 A1	11-05-1994
			CN 1088846 A ,B	06-07-1994
			CN 1155446 A ,B	30-07-1997
			DE 69329388 D1	12-10-2000
			DE 69329388 T2	04-01-2001
			EP 0666774 A1	16-08-1995
			ES 2149218 T3	01-11-2000
			JP 8502445 T	19-03-1996
EP 640822	A	01-03-1995	DE 69409736 D1	28-05-1998
			DE 69409736 T2	01-10-1998
			EP 0640822 A2	01-03-1995
			JP 7244023 A	19-09-1995
			US 5581017 A	03-12-1996
WO 9411721	A	26-05-1994	CA 2148807 A1	26-05-1994
			EP 0667954 A1	23-08-1995
			JP 8503545 T	16-04-1996
			WO 9411721 A1	26-05-1994
			US 5576480 A	19-11-1996
WO 9916538	A	08-04-1999	CA 2303903 A1	08-04-1999
			EP 1021240 A1	26-07-2000
			JP 2001518380 T	16-10-2001
			WO 9916538 A1	08-04-1999
US 4744240	A	17-05-1988	DE 3617724 A1	03-12-1987
			DE 3780221 D1	13-08-1992
			EP 0248218 A2	09-12-1987
			JP 62291543 A	18-12-1987